



Zastosowanie polerowania jonowego do preparatyki cienkich folii do badań na transmisyjnym mikroskopie elektronowym

J. Sitek, K. Labisz^a

^aZakład Inżynierii Materiałów Biomedycznych Instytut Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych, Wydział Mechaniczny Technologiczny, Politechnika Śląska, ul. Konarskiego 18a, 44-100 Gliwice, Polska, email: Krzysztof.labisz@polsl.pl

Streszczenie: Praca obejmuje zagadnienia związane z preparatyką do celów transmisyjnej mikroskopii elektronowej przy bardzo dużych powiększeniach. W związku z tym przygotowanie próbek wymaga specjalistycznych i często skomplikowanych operacji. Szczegółowo opisane zostało przygotowanie próbek od momentu pozyskania (odcięcia) materiału, poprzez kolejne etapy ich wykonania, aż do chwili otrzymania gotowych preparatów. Przedstawiono procedury postępowania w postaci opisanych etapów przygotowania próbek, gwarantujące uzyskanie preparatów, gwarantujących możliwość badań strukturalnych przy zastosowaniu transmisyjnych i skaningowych mikroskopów elektronowych. W pracy opisane zostały również urządzenia wykorzystywane w poszczególnych etapach wykonywania preparatów. Opis urządzeń obejmuje zarówno budowę, zasadę działania jak i instrukcji ich obsługi.

Abstract: This thesis describes the issues connected with the preparation for transmission electron microscopy with very high magnification. Thus the preparation of samples needs specialist and often very complicated operations. In this thesis a detailed description of sample preparation is given step-by-step starting with obtaining (cutting off) the material, through the following stages of carrying it out till the moment of getting ready preparations. The procedure in the above stages of sample preparation has been described. It ensures getting preparations suitable for structural microscopic examination for both scanning and transmission electron microscopes. The appliances and devices used in the certain stages of making preparations have also been describe in this thesis. The description of appliances and devices contains not only their structure and principle of their operation but also the service manuals.

Keywords: Preparation process, transmission electron microscopy, preparation devices, thin films

1. WPROWADZENIE

W mikroskopie elektronowym transmisyjnym obraz struktury powstaje poprzez przejście wiązki elektronów przez cienki preparat. Badania przeprowadzane są przy powiększeniach,

dochodzących nawet do 1000000 razy i zdolności rozdzielczej do ok. 0,1 nm. Strumień elektronów, przyspieszany w polu elektrostatycznym, mającym potencjał 100-1000 kV, prześwietla badany preparat. Strumień ten jest formowany oraz skupiany w próżni w polach magnetycznych soczewek, z tego względu bardzo ważne jest przygotowanie preparatów o odpowiedniej jakości celem optymalnego wykorzystania możliwości badawczych, które oferuje transmisyjny mikroskop elektronowy [1].

2. METODYKA PRZYGOTOWYWANIA CIENKICH FOLII

Zasadniczo przygotowanie próbek do transmisyjnej mikroskopii elektronowej TEM przebiega w pięciu etapach:

1. wycinanie z litego materiału płytek o grubości 0,2-0,5 mm,
2. wstępna obróbka w celu wyrównania powierzchni, a następnie wycinanie z płytek krążków (dysków) o średnicy 3 mm,
3. szlifowanie dysków do uzyskania grubości 80 μm ,
4. wyszlifowanie rowka w płytce (w przypadku końcowego ścieniania wiązką jonów) lub dokładne polerowanie z zastosowaniem papierów o małej ziarnistości (w przypadku ścieniania elektrolitycznego),
5. ścienianie wiązką jonów lub elektrolityczne [2,3].

2.1. Wycinanie blaszek lub płytek

Wykonanie preparatu o żądanej bardzo małej grubości wymaga zastosowania specjalnych technik przygotowawczych. Dokonuje się tego w zasadzie dwoma sposobami: metodami pośrednimi, poprzez przygotowanie różnego rodzaju replik powierzchni preparatu, oraz stosując metody bezpośrednie, polegające na przygotowaniu cienkich folii z materiałów badanych. [2,4,5]

Wycinanie próbek jest pierwszym, a zarazem bardzo ważnym etapem preparatyki, ponieważ sposób pobrania wpływa na ocenę badanego materiału. Powinno się brać pod uwagę wielkość uszkodzeń materiału, które powstają podczas wycinania próbki przy zastosowanej technice i parametrach cięcia. Proces pobierania próbek może odbywać się przy pomocy piły ręcznej lub mechanicznej, nożycami, przecinakiem, palnikiem. Podczas wycinania próbki należy uważać, aby jej nadmiernie nie rozgrzać - w tym celu zaleca się ją chłodzić np. wodą. Najpopularniejszą, a zarazem dokładną metodą, wywierającą najmniejszy wpływ na zmianę struktury materiału oraz w której z łatwością można zastosować chłodzenie, jest metoda cięcia mechanicznego.

Podczas procesu cięcia bardzo istotne są następujące zagadnienia: rodzaj przecinarki (piły), rozmiar tarczy tnącej, rodzaj stosowanego chłodzenia, system mocowania oraz obciążenie zadane na próbkę w trakcie cięcia [6, 7].



Rysunek 1. Przecinarka precyzyjna Minitom, firmy Struers

Figure 1. Automatic cutting machine, Streuers Minitom

Tabela 1. Wpływ rodzaju i parametrów cięcia tarczy na głębokość uszkodzenia stopu Al [14]

Table 1. The influence of the cutting discs type and parameters of cutting on the damage depth of Al alloy [14]

Tarcza tnąca	Szybkość (rpm)	Głębokość uszkodzenia (μm)	Czas cięcia (min.)
Diamantowa wiązana na metalu	100	10	20
CBN wiązana na metalu	100	8	15
	1000	50	150
SiC wiązana żywicą	1000	9	2
	2000	7	1

Tarcze z SiC, diamentowe oraz z azotkiem boru stosuje się do cięcia metali nieżelaznych i niemetalu natomiast z Al_2O_3 dla żelaza i stopów żelaza [2,6,9].

2.2. Wycinanie krążków

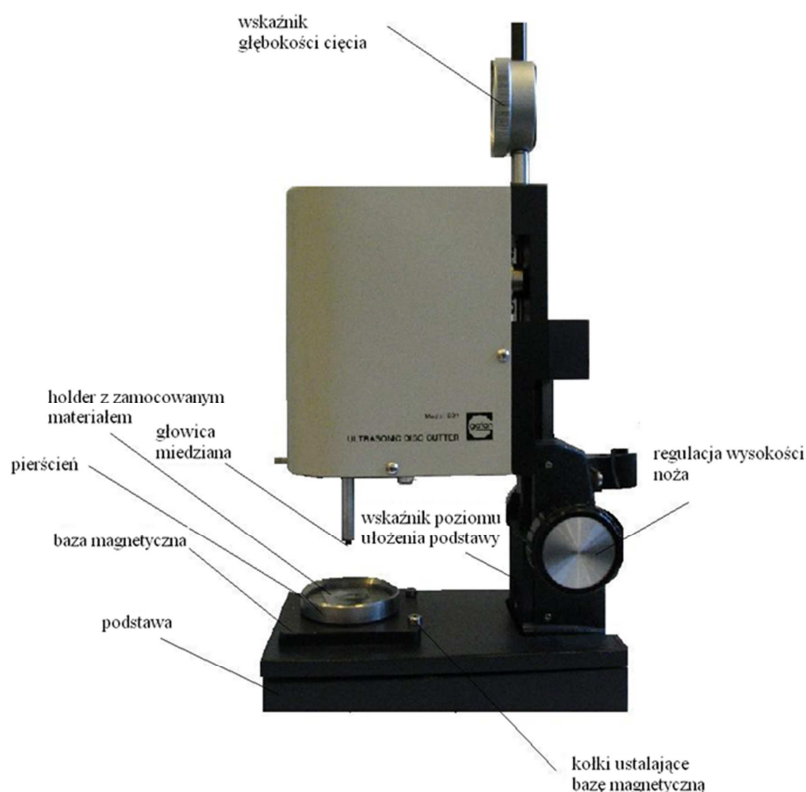
Preparaty do obserwacji w transmisyjnym mikroskopie elektronowym TEM muszą mieć kształt krążków o średnicy 3 mm. Zachowanie wymaganej średnicy pozwala przeprowadzić dalsze operacje ścieniania, jak również zamontowania wykonanego preparatu w uchwycie mikroskopu.

Najprostszą metodą wykonywania dysków dla materiałów średnio twardych jest ich wybijanie za pomocą utwardzonego stempla lub wyciskania krążków, przeprowadzane przy użyciu prostego przyrządu, w którym nóż rurkowy osadzony na końcu popychacza sterowanego dźwignią ręczną wycina krążki z zamocowanej w uchwycie płytki. Wycinanie krążków z materiałów o wysokiej twardości wykonywane jest z zastosowaniem metody elektromechanicznej (przecinarka elektroiskrowa, stosowana tylko do przewodników) lub urządzenia o wysokiej częstotliwości wibracji noża.

Do wycinania krążków z materiałów twardych i kruchych może być zastosowana ultradźwiękowa wycinarka dysków Ultrasonic Disc Cutter (UDC) firmy Gatan. W urządzeniu tym rolę narzędzia odgrywa nóż rurkowy, wibrujący z częstotliwością 26 kHz na piezoelektrycznej prowadnicy cyrkonowo-tytanowej. Odcięcie próbki następuje poprzez jej

wyżłobienie na skutek uderzania w nią cząstek zawiesiny wody i azotku boru, dostarczanej na ostrze wibrującego noża. Optymalne obciążenie noża podczas trwania procesu cięcia zapewnia sprężyna, która obciąża stolik z podstawką próbki. Regulowane może być także obciążenie próbki oraz głębokość cięcia [3].

Urządzenie Ultrasonic Disc Cutter przedstawione jest na rysunku 2.



Rysunek 2. Drażarka ultradźwiękowa Gatan (UDC) [7]

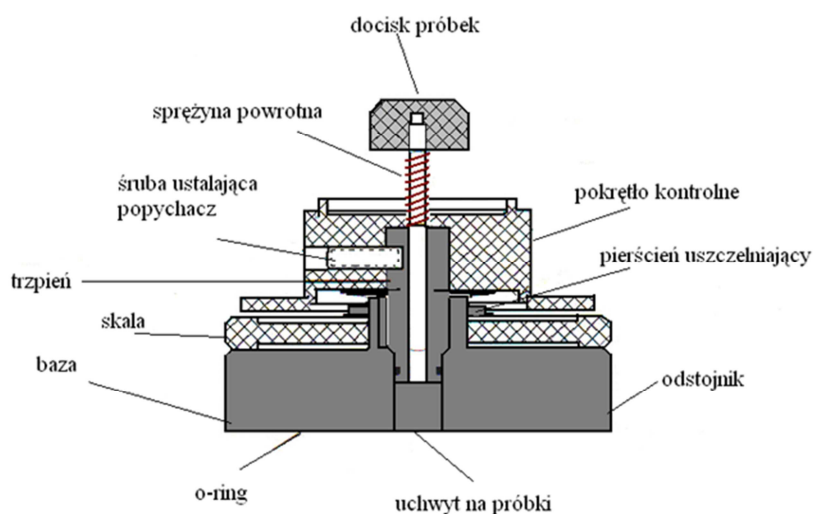
Figure 2. Gatan Ultrasonic Disc Cutter (UDC) [7]

2.3. Szlifowanie

Proces szlifowania ma na celu usunięcie uszkodzeń próbki, które powstały podczas ich wycinania, jak również pozwala otrzymać próbki o płaskich powierzchniach i grubości wymaganej do dalszych etapów preparatyki. Szlifowanie odbywa się mechanicznie na papierach ściernych. Grubość próbki wynosi ok. 0,1-0,3 mm. [2,4]

Jednym z urządzeń stosowanych do wstępnego ścieniania próbek jest szlifierka firmy Gatan model 623 (rysunek 3). Kontrola grubości próbki możliwa jest dzięki regulacji obciążenia, wykonywanej za pomocą śruby mikrometrycznej. Ciężarek wbudowany w szlifierkę ustala nacisk podczas polerowania, zmniejszając uszkodzenia próbki do minimum.

Próbkę mocuje się przy użyciu polimerowego kleju o niskiej temperaturze topnienia i wraz z uchwytem umieszcza się w szlifierce. Następnie powoduje się zetknięcie próbki z tarczą polerującą przy użyciu śruby mikrometrycznej. Po naciśnięciu przycisku znajdującego się na urządzeniu następuje wyrzucenie próbki w celu jej obrócenia i polerowania z drugiej strony. Po osiągnięciu na skali pokrętki żądanej grubości następuje zakończenie procesu [10].



Rysunek 3. Uchwyt do polerowania, model 623 [9]

Figure 3. Gatan grinder, model 623 [9]

2.4. Szlifowanie rowka

Wykonanie rowka w próbce jest jednym z sposobów jej przygotowania do końcowej operacji ścieniania. Próbka o jednakowej grubości powierzchni nie ma tak dobrej przepuszczalności elektronicznej jak próbka z wyżłobionym rowkiem. Wykonanie rowka zajmuje również mniej czasu i nie powoduje tak dużego ryzyka uszkodzenia próbki niż miałyby to miejsce podczas szlifowania całej jej powierzchni.

Do wykonania rowków sferycznych i walcowych w materiałach ceramicznych, półprzewodnikowych, metalach oraz ich kombinacjach można zastosować precyzyjne urządzenie, jakim jest szlifierka do rowków model 656 firmy Gatan. W większości metali w miejscu wykonania rowka uzyskać można grubość 20 μm lub nawet, w wykonaniu przez doświadczonego użytkownika, 5 μm , natomiast półprzewodniki oraz ceramika do 3 μm . Szlifierka współpracuje z dwoma rodzajami tarcz: szlifierską oraz polerującą.

Operacja wykonywania rowka jest wykonywana przy użyciu dwóch metod, które bazują na śrubie mikrometrycznej i analogowym czujniku:

1. ustawienie głębokości rowka,
2. szlifowanie z ustawieniem końcowej grubości próbki.

Pierwsza metoda stosowana jest do wykonywania próbek, których grubość jest mniejsza od 20 μm . Jest bardziej dokładna, lecz grubość próbki musi być znana oraz trzeba zerować mikrometr dla każdej próbki.

Zaletą drugiej metody jest to, że grubość próbki nie musi być określona, a mikrometr zerowany jest tylko raz do obróbki kilku próbek. Metoda ta jednak jest mniej dokładna i nie powinna być stosowana do bardzo cienkich próbek.

Prawidłowo przygotowana do wyżłabiania rowka próbka powinna mieć idealnie równoległe powierzchnie oraz dobrą powierzchnię styku z uchwytem.

Polerowanie zgrubne ma na celu usunięcie zarysowań oraz wszelkich uszkodzeń mechanicznych. Polerowanie wykańczające powoduje zmniejszenie grubości o mniej niż 2 μm . Wymagane jest dokładne wyczyszczenie próbki po uprzednim procesie polerowania zgrubnego [11].

2.5. Pocienianie jonowe

Końcowy etap przygotowania cienkich folii do obserwacji w TEM może być wykonywany przez zastosowanie polerowania jonowego. Proces ten polega na wybijaniu za pośrednictwem strumienia jonów gazu obojętnego atomów z próbki, tzn. jej ścienianiu, i może być stosowany do materiałów nieprzewodzących i o zróżnicowanych własnościach fizykochemicznych. Wadą tej metody ścieniania jest mała szybkość przebiegu procesu oraz konieczność posiadania specjalnego urządzenia [2,4].

Proces polerowania jonowego jest przeprowadzany w komorze próżniowej, wyposażonej najczęściej w dwie wyrzutnie jonów oraz uchwyt do zamocowania próbki. Do wyrzutni poprzez reduktor dostarczany jest gaz obojętny, najczęściej argon o czystości 99,998%, doprowadzany przez dwa zawory cylindryczne, sterujące ilością dostarczanego gazu. Gaz doprowadzony do wyrzutni jest zjonizowany i wyrzucany w kierunku próbki.

W komorze dzięki układowi pomp uzyskuje się próżnię ok. 10^{-2} MPa, która w czasie trwania procesu w zależności od natężenia przepływu gazu spada do wartości wynoszącej ok. 0,1-1 Pa. Obracanie próbki powodujące równomierne ścienianie oraz jej nachylenie do osi strumienia jonów o kąt φ (5-30°) jest możliwe dzięki uchwytowi, znajdującemu się w komorze próżniowej urządzenia.

Do polerowania jonowego można zastosować urządzenie PIPSTM model 691 firmy Gatan (rys. 4). W urządzeniu tym zastosowano dwie miniaturowe wyrzutnie jonowe o ustawieniu niezależnym od siebie oraz regulowanym kącie działania. Wirtualne przedstawienie zużycia katody, w jakie został wyposażony układ optyczny wyrzutni jonów, ogranicza obsługę wyrzutni, minimalizując jej zużycie oraz zanieczyszczenia próbek.

Do śledzenia procesu ścieniania próbki wykorzystywany jest mikroskop optyczny, pozwalający na obserwację próbki w dowolnym czasie trwania procesu. Próbki są mocowane w sposób, dzięki któremu nie występuje kolizja wiązki jonów z uchwytem, co daje możliwość ścieniania przy kącie padania wiązki jonów dochodzącym do 0°.



Rysunek 4. Gatan PIPS device, model 691 [12]

Figure 4. Polerka jonowa PIPS, model 691 [12]

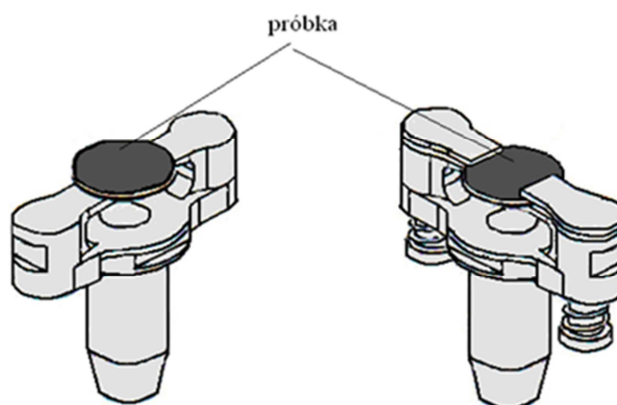
Do polerowania przekrojów poprzecznych próbek lub materiałów, posiadających w swoim przekroju różną twardość, używana jest zmodulowana wiązka jonów. Urządzenie PIPS daje możliwość dwóch konfiguracji modulacji wiązki:

1. modulacja pojedynczej wiązki,
2. modulacja podwójnej wiązki.

W przypadku pierwszym wykorzystywana jest tylko jedna wyrzutnia, nastawiona na obróbkę jednego sektora obejmując kąt 60° lub dwóch przeciwnych sektorów tego kąta. Drugi przypadek modulacji wiązki jonowej wykorzystuje obydwie wyrzutnie, co umożliwia ścienianie preparatu z obu stron.

Podczas operacji ścieniania jonowego, wykonywanej przy użyciu urządzenia PIPS, preparat może swobodnie spoczywać na specjalnym uchwycie pomocniczym lub za pomocą niskotopliwego wosku być do niego przyklejony. Uchwyty po zamocowaniu w nich próbki łączone są z uchwytem zmieniaacza Whisperlok [13].

Uchwyty podwójne z mocowaniem przy użyciu wosku i z mocowaniem klamrowym przedstawia rysunek 5.



Rysunek 5. Uchwyty do polerki jonowej [13]

Figure 5. Twofold holders [13]

Urządzenie PIPS do monitorowania grubości preparatów z izolatorów i półprzewodników wykorzystuje iluminator transmisyjny, będący częścią jego wyposażenia. Kontrola grubości preparatu jest wykonywana za pomocą techniki interferencji obwódki preparatu. Poprzez wykorzystanie iluminatora transmisyjnego wykrywany jest taki moment w procesie preparatyki, w którym konieczne jest jego zakończenie, czyli przy zaniknięciu obwódki. Nie ma ostrzeżenia przed perforacją materiałów nieprzezroczystych, dlatego do jej wykrywania i zakończenia procesu ścieniania służy wyłącznik automatyczny.

Istnieje opcja chemicznego wytrawiania wiązką jonów (CAIBE). Zabieg taki stosowany jest do obróbki próbek, które są uciążliwe do przygotowania przy ścienianiu wiązką jonów, wytworzoną z gazu obojętnego, takich jak związki indu typu III-V, będące w półprzewodnikach, jak również metali takich jak wolfram. Zastosowanie tego typu operacji umożliwia molekularnej wiązce, poprzez reaktywność chemiczną, być kierowaną na próbkę w czasie, gdy jednocześnie jest wykonywany proces ścieniania, prowadzony przy użyciu konwencjonalnej wiązki jonów, wytworzonej z gazu obojętnego [13].

3. WNIOSKI

Praca zawiera opis postępowania w czasie przygotowywania preparatów dla celów badań, przeprowadzonych przy zastosowaniu mikroskopów elektronowych transmisyjnych i skaningowych. W niniejsze pracy zostały przedstawione poszczególne etapy preparatyki z dokładnym opisem kolejności ich wykonywania, jak również sposobu ich przeprowadzenia, dające gwarancję otrzymania próbek do badań o najwyższej jakości. Od jakości wykonanej próbki zależy rzetelność uzyskanych wyników badań, przeprowadzanych przy zastosowaniu mikroskopów, dlatego proces preparatyki jest bardzo istotny i należy przeprowadzać go z najwyższą uwagą i dokładnością. W pracy zostały opisane również urządzenia wykorzystywane w kolejnych etapach przygotowania próbek, dzięki którym możliwe jest uzyskanie preparatów o wysokiej jakości oraz które pozwalają na zaoszczędzenie czasu.

W wyniku przeprowadzonego procesu preparatyki, wykonanego w ramach części praktycznej pracy, otrzymano próbki zgodnie z zasadami przedstawionymi w części opisowej z uwzględnieniem wszystkich reguł oraz wykorzystaniem opisanych urządzeń, w rezultacie czego uzyskano preparaty o jakości, odpowiadającej stawianym wymaganiom zapewniającym uzyskanie dokładnych wyników badań przeprowadzonych przy zastosowaniu mikroskopów elektronowych.

LITERATURA

1. http://library.thinkquest.org/28383/nowe_teksty/html/2_20.html.
2. L.A. Dobrzański, E. Hajduczek, Metody badań metali i stopów - Tom II, Wyd. Pol. Śl., skr. ucz. nr 1270, Gliwice, 1987.
3. Gatan, Ultrasonic Disc Catter User's Guide., Gatan, Inc. 1998.
4. J. Marciniak, E. Hajduczek, Metody badań metali i stopów (metalografia strukturalna) Wyd. Pol. Śl., Gliwice, 1978.
5. Praca zbiorowa pod redakcją K. Przybyłowicza i S. Jasińskiej: Nowoczesne metody badawcze w metalurgii i metaloznawstwie, Akademia Górniczo - Hutnicza im. Staszica w Krakowie, skr. ucz. nr 644, Kraków, 1978.
6. D. Cebula, J. Widerman, Badania metalograficzne - preparatyka, metody obserwacji, Biuro Gamma, Warszawa, 1999.
7. http://www.struers.com/default.asp?top_id=2&main_id=74&doc_id=653.
8. Metallography Europe, Buehler Ltd, 1994.
9. K. Bolanowski, Preparatyka w badaniach metalograficznych, Wyd. Pol. Świętokrzyskiej, Kielce, 2000.
10. Gatan, Disc Grinder User's Guide., Gatan, Inc. 1998.
11. Gatan, Dimple Grinder User's Guide., Gatan, Inc. 1998.
12. [http://www.gatan.com/pdf/addl_pdf/Ion Polishing PIPS.pdf](http://www.gatan.com/pdf/addl_pdf/Ion_Polishing_PIPS.pdf).
13. Gatan, Precision Ion Polishing System User's Guide., Gatan, Inc. 1998.